

日 本 国 特 許 庁

JAPAN PATENT OFFICE

11.09.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年 9月12日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-266357

[ ST.10/C ]:

[ JP 2002-266357 ]

出 願 人

Applicant(s):

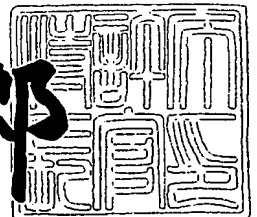
信越化学工業株式会社

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 2月21日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3009599

【書類名】 特許願

【整理番号】 P02-1191

【あて先】 特許庁長官殿

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県碓氷郡松井田町大字人見 1 - 1 0 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料研究所内

【氏名】 中西 鉄雄

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県碓氷郡松井田町大字人見 1 - 1 0 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料研究所内

【氏名】 作田 晃司

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区大手町 2 - 6 - 1 信越化学工業株式会社 社内

【氏名】 橘 清美

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100087631

【弁理士】

【氏名又は名称】 滝田 清暉

【選任した代理人】

【識別番号】 100110249

【弁理士】

【氏名又は名称】 下田 昭

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 011017

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 新規なオルガノポリシロキサン重合体及びペースト状組成物並びにその組成物を用いた化粧料

【特許請求の範囲】

【請求項1】 グリセリン誘導体を有するオルガノポリシロキサン重合体であって、有機溶剤に不溶で、かつ自重と同重量以上の液状油を含んで膨潤することのできることを特徴とするオルガノポリシロキサン重合体。

【請求項2】 下記一般式 (a1) 及び/または (a2) で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンと、下記、一般式 (b1) で表されるアルケニル基を有するグリセリン誘導体、一般式 (b2) で表されるアルケニル基を有するオルガノポリシロキサン及び (b3) で表されるアルケニル基を有する炭化水素の中から選択された少なくとも1種の化合物との組み合わせのうち、前記一般式 (a1) または (b1) で表される成分を必須成分として付加重合させてなる、請求項1に記載されたオルガノポリシロキサン重合体。

$$(a1) : R^1_a R^2_b H_c Si O_{(4-a-b-c)/2}$$

$$(a2) : R^1_d H_e Si O_{(4-d-e)/2}$$

$$(b1) : R^3_f G$$

$$(b2) : R^1_p R^3_q Si O_{(4-p-q)/2}$$

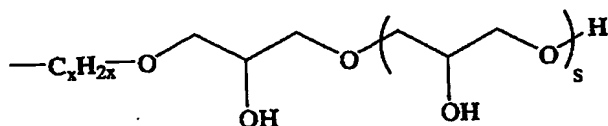
$$(b3) : R^3 (CH_2)_r R^3$$

但し、式中の  $R^1$  は、それぞれ同じか又は異なってもよく、置換又は非置換の、炭素数1～30でアルケニル基を有しない1価炭化水素基であり、 $R^2$  はグリセリン誘導体Gを有する1価の基、 $R^3$  は炭素数2～20のアルケニル基を表す。

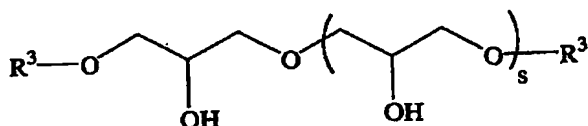
a、b、c、d、e、p及びqはそれぞれ、 $1.0 \leq a \leq 2.3$ 、 $0.001 \leq b \leq 1.0$ 、 $0.001 \leq c \leq 1.0$ 、 $1.0 \leq d \leq 2.3$ 、 $0.001 \leq e \leq 1.0$ 、 $1.0 \leq p \leq 2.3$  及び  $0.001 \leq q \leq 1.0$  であって、 $1.5 \leq a + b + c \leq 2.6$ 、 $1.5 \leq d + e \leq 2.6$ 、 $1.5 \leq p + q \leq 2.6$  であり、fは2～10の整数、rは0～20の整数である。

【請求項3】 一般式 (a1) における  $R^2$  が下記一般式で表される、請求項2に記載されたオルガノポリシロキサン重合体。但し、xは2～20の整数で

あり、 $s$  は 1～20 の整数である。



【請求項 4】 一般式 (b 1) が下記一般式で表される請求項 2 又は 3 に記載されたオルガノポリシロキサン重合体。但し、 $s$  は 1～20 の整数である。



【請求項 5】 前記オルガノハイドロジェンポリシロキサン (a 1) と、アルケニル基を有するグリセリン誘導体 (b 1) 及び／またはアルケニル基を有するオルガノポリシロキサン (b 2) から成る請求項 2 に記載されたオルガノポリシロキサン重合体。

【請求項 6】 前記オルガノハイドロジェンポリシロキサン (a 2) とアルケニル基を有するグリセリン誘導体 (b 1) から成る請求項 2～4 の何れかに記載されたオルガノポリシロキサン重合体。

【請求項 7】 請求項 1～6 の何れかに記載されたグリセリン誘導体を有するオルガノポリシロキサン重合体に液状油剤を含ませ膨潤させてなるペースト状組成物。

【請求項 8】 前記液状油剤が、シリコーン油、炭化水素油、エステル油、天然動植物油、及び半合成油から成る群から選択される少なくとも 1 種の油剤である、請求項 7 に記載されたペースト状組成物。

【請求項 9】 請求項 1～6 の何れかに記載されたグリセリン誘導体を有するオルガノポリシロキサン重合体、並びに請求項 7 及び 8 に記載されたペースト状組成物からなる群の中から選択された少なくとも 1 種に、有機酸、無機酸及び無機酸塩から成る群から選択される少なくとも 1 種の酸性物質を加え、次いで pH が 5～8 となるように塩基性中和剤を加えた後、加熱及び／又は減圧により揮発成分を除去してなる組成物。

【請求項 10】 酸性物質及び塩基性中和剤から生成する塩が緩衝剤効果を

有する、請求項 9 に記載された組成物。

【請求項 11】 酸性物質がクエン酸、乳酸、りんご酸、グルタミン酸、酒石酸、酢酸、グリシン、コハク酸及びリン酸二水素カリウムから成る群から選択される少なくとも 1 種であり、塩基性中和剤が炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、リン酸水素二ナトリウム、及び酢酸ナトリウムから成る群から選択される少なくとも 1 種である、請求項 9 又は 10 に記載された組成物。

【請求項 12】 前記オルガノポリシロキサン重合体 100 重量部に対する前記酸性物質及び塩基性中和剤の割合がそれぞれ 0.01～10 重量部であり、前記酸性物質を加えた後に 20～150℃で加熱し、更に前記塩基性中和剤を加えた後に 20～150℃で加熱及び／又は減圧することにより揮発成分を除去することにより得られる、請求項 9～11 の何れかに記載された組成物。

【請求項 13】 請求項 1～6 に記載された重合体、請求項 7 及び 8 に記載されたペースト状組成物、並びに請求項 9～11 に記載された組成物からなる群の中から選択された少なくとも 1 種を配合してなる化粧品。

【請求項 14】 更に、C) 成分として油剤を含有する請求項 13 に記載された化粧品。

【請求項 15】 更に、D) 成分として水を含有する請求項 13 又は 14 に記載された化粧品。

【請求項 16】 更に、E) 成分として分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物を含有する、請求項 13～15 の何れかに記載された化粧品。

【請求項 17】 更に、F) 成分として水溶性あるいは水膨潤性高分子を含有する請求項 13～16 の何れかに記載された化粧品。

【請求項 18】 更に、G) 成分として粉体及び／又は着色剤を含有する請求項 13～17 の何れかに記載された化粧品。

【請求項 19】 前記 G) 成分である粉体及び／又は着色剤の少なくとも一部が、ジメチルポリシロキサンを架橋した構造を持つ架橋型球状ジメチルポリシロキサン微粉末、架橋型球状ポリメチルシルセスキオキサン微粉末、架橋型球状ポリシロキサンゴム表面をポリメチルシルセスキオキサン粒子で被覆してなる微

粉末である請求項 18 に記載された化粧料。

【請求項 20】 更に、H) 成分として界面活性剤を含有する請求項 13～19 の何れかに記載された化粧料。

【請求項 21】 前記 H) 成分の界面活性剤が、分子中にポリグリセリン鎖を有する直鎖又は分岐状オルガノポリシロキサン、或いはアルキル共変性オルガノポリシロキサンである請求項 20 に記載された化粧料。

【請求項 22】 前記 H) 成分の界面活性剤の HLB が 2～8 である請求項 20 又は 21 に記載された化粧料。

【請求項 23】 更に、I) 成分として親水性のない架橋型オルガノポリシロキサン重合体と液状油剤からなる組成物を含有する請求項 13～22 の何れかに記載された化粧料。

【請求項 24】 更に、J) 成分としてシリコーン樹脂を含有する請求項 13～23 の何れかに記載された化粧料。

【請求項 25】 前記 J) 成分のシリコーン樹脂が、アクリルシリコーン樹脂である請求項 24 に記載された化粧料。

【請求項 26】 前記 J) 成分のシリコーン樹脂が、ピロリドン基、長鎖アルキル基、ポリオキシアルキレン基、フルオロアルキル基、カルボキシ基のアニオン性基の中から少なくとも一つ選択された有機基を分子中に含有するアクリルシリコーン樹脂である請求項 24 又は 25 に記載された化粧料。

【請求項 27】 前記 J) 成分が、 $R^1_3SiO_{0.5}$  単位と  $SiO_2$  単位から構成される樹脂、 $R^1_3SiO_{0.5}$  単位と  $R^1_2SiO$  単位及び  $SiO_2$  単位から構成される樹脂、 $R^1_3SiO_{0.5}$  単位と  $R^1SiO_{1.5}$  単位から構成される樹脂、 $R^1_3SiO_{0.5}$  単位と  $R^1_2SiO$  単位及び  $R^1SiO_{1.5}$  単位から構成される樹脂、 $R^1_3SiO_{0.5}$  単位、 $R^1_2SiO$  単位、 $R^1SiO_{1.5}$  単位及び  $SiO_2$  単位から構成される樹脂から成る群から選択される少なくとも 1 種のシリコーン樹脂である、請求項 24 に記載された化粧料。

【請求項 28】 前記 J) 成分が、ピロリドン基、長鎖アルキル基、ポリオキシアルキレン基、フルオロアルキル基、アミノ基の中から少なくとも一つ選択された有機基を分子中に含有するシリコーン樹脂である請求項 24～27 の何れ

かに記載された化粧料。

【請求項 29】 請求項 13～28 の何れかに記載された化粧料を配合してなるスキンケア化粧料。

【請求項 30】 請求項 13～28 の何れかに記載された化粧料を配合してなるメイクアップ化粧料。

【請求項 31】 請求項 13～28 の何れかに記載された化粧料を配合してなる頭髮化粧料。

【請求項 32】 請求項 13～28 の何れかに記載された化粧料を配合してなる制汗剤化粧料。

【請求項 33】 請求項 13～28 の何れかに記載された化粧料を配合してなる紫外線防御化粧料。

【請求項 34】 請求項 13～33 の何れかに記載された化粧料を配合してなり、その形状が、液状、乳液状、クリーム状、固形状、ペースト状、ゲル状、粉末状、プレス状、多層状、ムース状、スプレー状、又はスティック状である化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はグリセリン誘導体を有する親水性オルガノポリシロキサン重合物に関し、特に、該オルガノポリシロキサン重合物と液状油剤からなるペースト状組成物、及びそのペースト状組成物等を配合してなる化粧料に関する。

【0002】

【従来技術】

シリコーン油は、従来からその安全性等のために化粧品を初めとする諸分野において各種組成物の基油として用いられている。特に化粧品のスキンケア、メイキャップ等の用途においては  $100 \text{ mm}^2/\text{s}$  以下の低粘度シリコーン油が、その優れた伸展性、さっぱり感及び安全性の高さ等のために注目され、使用が広く検討されている。

しかしながら、低粘度シリコーン油を基油として、例えば、流動性のないペー



スト状組成物を調製する場合には、増粘剤の添加量を増加させる必要があるために、滑らかで均一な組成物が得られ難く、しかも得られる組成物からは低粘度シリコーン油の分離、排出が起こり易いために安定性が低いという問題があった。

## 【0003】

かかる問題を解決するために、従来、低粘度シリコーン油の増粘剤として、デキストリン脂肪酸エステル（特開昭62-121764号、同62-143971号、同62-143970号、同63-159489号）、蔗糖脂肪酸エステル（特開昭63-235366号）、トリメチルシリル化ポリビニルアルコールやトリメチルシリル化多糖類（特開昭62-240335号）、脂肪酸エステル基含有セルロースエーテル（特開昭63-260955号）等の有機系材料や有機変性粘土鉱物（特開昭62-45656号、同62-54759号、同63-72779号）等の無機系材料を利用することが提案されている。

## 【0004】

しかしながら、これらの有機系または無機系材料を増粘剤として用いると、低粘度シリコーン油が本来有するさっぱり感、高伸展性等の特性が減退するという問題がある。そこで、特定のシリコーン重合物を増粘剤とし、低粘度シリコーン油と剪断力下で処理することにより、均一なペースト状組成物を得る方法が提案されている（特開平2-43263号）。

## 【0005】

ところで、化粧品分野では、組成物中に油分だけでなく、水分も必要成分として配合される処方が多い。このような場合、常法に従って界面活性剤を使用するが、シリコーン油と水を均一且つ安定な状態で分散させることは困難であり、前記特開平2-43263号に記載されているシリコーン増粘剤も、シリコーン油に対して優れた増粘性を有するものの、水を配合した場合には均一分散しないという欠点を有する。なお、界面活性剤は皮膚に対して刺激性を有するものもあるので、それを使用すること自体好ましくない。

## 【0006】

この欠点を解決するために、特許第2631772号及び特開平5-140320号各公報では、シリコーン増粘剤の分子中にポリオキシアルキレン基を導入

することが提案されている。ここに開示された組成物は乳化特性に優れているものの、組成物が長期保存されるとpHが低下すること、及び乳化物が異臭を発生するという問題点がある。

## 【0007】

上記欠点を改善するためのポリエーテル変性シリコーンの精製方法として、酸性水溶液で処理する方法（特公平7-91389号）、及び水素添加により不飽和基を処理する方法（特開平7-330907号）が知られている。しかしながら、架橋重合体にこれらの精製方法を応用し、塩酸水等の腐食性のある酸性水溶液で処理する場合には、ガラスライニングされた装置を使用しないと装置が腐食されるという問題点がある。また臭いの低減化には効果が認められても、ポリオキシエチレン鎖に特徴的な自動酸化によるpH低下を抑えることができず、またポリオキシエチレン鎖の分解による粘度低下と酸敗臭の発生も抑制することができない。酸化防止剤の添加によって上記の問題点を抑制することはできるがその効果は十分ではない。一方、水素添加処理方法を行なうには、パラジウム、ニッケル等の重金属触媒を濾過精製によって除去することができないので、これらの重合金属触媒が組成物中に残留することになるため化粧品用途として適さない。

## 【0008】

## 【発明が解決しようとする課題】

本発明者は、上記欠点を解決するために鋭意検討を行った結果、①親水性有機基としてグリセリン類を含有させた重合物は、ポリオキシアルキレン鎖を有するオルガノポリシロキサン重合物と比較して、各種油剤に対する溶解性や乳化性が良いこと、②さらに該重合物及び該重合物と液状油剤からなるペースト状組成物に酸性物質を加えて加熱処理し、次いで塩基性物質で中和した後、揮発成分を除去することにより、保存安定性が良好で、異臭発生もなくなる組成物が得られることを見だし、本発明に到達した。

従って、本発明の第1の目的は、乳化機能を有する親水性ポリシロキサン重合物を提供することにある。

本発明の第2の目的は、乳化機能を有し、保存安定性に優れると共に異臭を発生しないペースト状組成物を提供することにある。

本発明の第3の目的は、異臭を発生せず、使用感や長期保存性に優れた化粧料を提供することにある。

## 【0009】

## 【課題を解決するための手段】

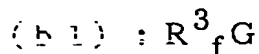
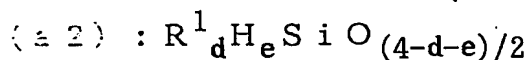
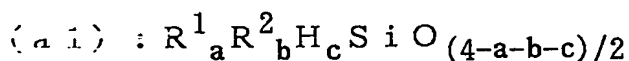
本発明の上記の諸目的は、グリセリン誘導体を有するオルガノポリシロキサン重合物であって、有機溶剤に不溶で、かつ自重と同重量以上の液状油を含んで膨潤することのできることを特徴とするオルガノポリシロキサン重合物、該重合物を用いたペースト状組成物、及びそれらを含む化粧料によって達成された。本発明によれば、たとえば該組成物に同量の水を加えて、60℃で24時間加熱したときに発生するプロピオンアルデヒド量を100ppm以下とすることが可能である。また、本ペースト状組成物を含む化粧料は、経時安定性に優れると共に、さっぱりとしたシリコン特有の使用感さらには後肌のしっとり感を提供することが可能である。尚、本発明のペースト状組成物には、オルガノポリシロキサン重合物と液状油剤とを単に混合したものや、オルガノポリシロキサン重合物と液状油剤とを混合して混練したもの等を含む。

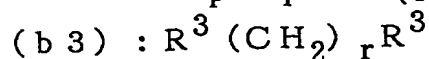
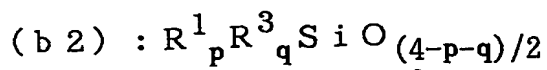
## 【0010】

## 【発明の実施の形態】

本発明の親水性オルガノポリシロキサン重合物は、下記一般式(a1)及び/または下記一般式(a2)で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンと、下記の一般式(b1)で表されるアルケニル基を有するグリセリン誘導体、一般式(b2)で表されるアルケニル基を有するオルガノポリシロキサンおよび下記一般式(b3)で表されるアルケニル基を有する炭化水素の中から選択される少なくとも1種の化合物との組み合わせのうち、前記一般式(a1)または(b1)で表される成分を必須成分として付加重合してなるオルガノポリシロキサン重合物である。

## 【0011】





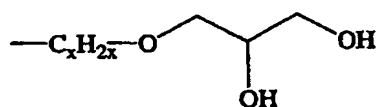
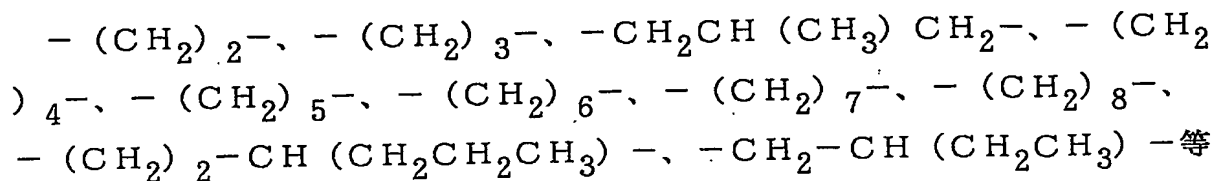
## 【0012】

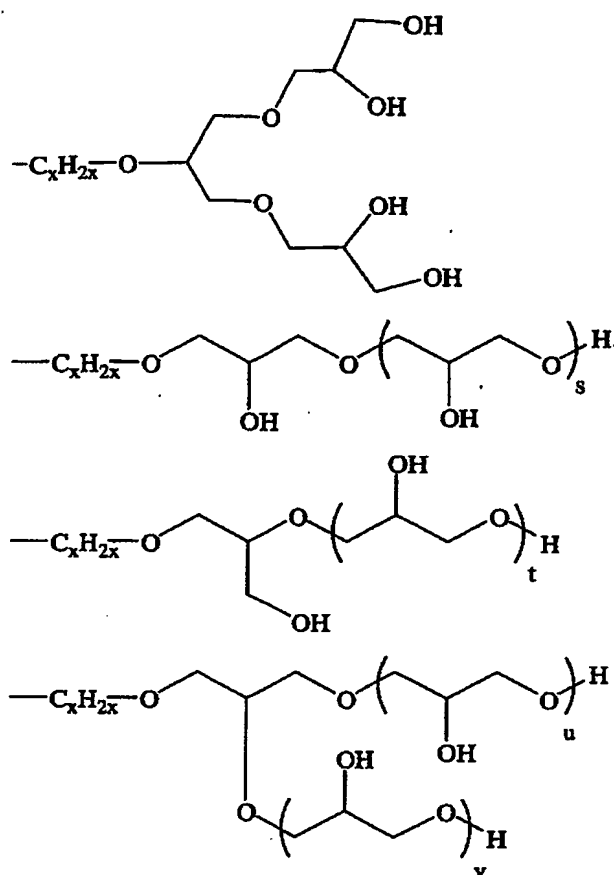
上記(a1)成分は平均組成式  $R^1_a R^2_b H_c Si O_{(4-a-b-c)/2}$  で表される。式中、 $R^1$ は置換又は非置換の炭素数1～30でアルケニル基を有しない1価炭化水素基である。これらは、アルキル基、アリール基、アラルキル基またはハロゲン炭化水素基であり、具体例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ステアリル基やベヘニル基等のアルキル基；シクロペンチル基、シクロヘキシル基等の飽和脂環式炭化水素基；フェニル基、トリル基等のアリール基；フェネチル基等のアラルキル基；トリフロロプロピル基、ノナフロロヘキシル基、ヘプタデシルフロロデシル基等のフッ素置換アルキル基などを挙げることができる。

## 【0013】

$R^2$ はグリセリン誘導体Gを有する1価の基であって、好ましくは一般式  $-C_x H_{2x} G$  で表されるグリセリン誘導体を表す。ここで、Gはグリセリンあるいはポリグリセリンであって、 $C_x H_{2x}$ はxが2～20の二価炭化水素基である。 $R^2$ の例としては以下のグリセリンエーテル類が挙げられる。 $C_x H_{2x}$ 基は有機基の末端に存在することが好ましいが、下記グリセリン鎖内部の水酸基に結合しても良い。

## 【0014】





上記、ポリグリセリン化合物を表す式中の  $s$ 、 $t$ 、 $u$  および  $v$  は 1～20 の整数であり、好ましくは 2～20 である。また、水酸基の一部がアルコキシ基又はエステル基で置換されていても良い。

#### 【0015】

上記グリセリン誘導体は、たとえばグリセリンとアリルグリシジルエーテルとを反応させることによって、アリル基 1 モルを有するグリセリン誘導体を合成することが可能であり、ポリグリセリン誘導体は、グリセリンモノアリルエーテルを出発原料としてグリシドールを数モル反応させることによって得ることができる。このアリル化ポリグリセリンに定法に従って付加反応させることによって  $R^2$  を導入することが可能である。

#### 【0016】

(a1) 成分における  $a$  は 1.0～2.3 であるが、好ましくは 1.2～2.1 であり、 $b$  は 0.001～1.0 であるが、好ましくは 0.005～0.5 で

あり、 $c$ は0.001～1.0であるが、好ましくは0.005～0.5である。 $a$ が1.0より小さいと架橋度が高くなりすぎるために自重と同重量以上の液状油を含み得ず、2.3より大きいと架橋度が低くなりすぎるため、三次元架橋構造の形成が困難になる。 $b$ が0.001より小さいと親水性が低くなるため油中水型(W/O)乳化組成物の形成が困難になり、1.0より大きいと親水性が高くなりすぎるため同じく油中水型乳化組成物の形成が困難になる。

## 【0017】

$c$ が0.001より小さいと架橋度が低くなるため三次元架橋構造の形成が困難になり、1.0より大きいと架橋度が高くなりすぎるために自重と同重量以上の液状油を含みえなくなる。また、 $a+b+c$ は1.5～2.6であるが、好ましくは1.8～2.2である。このオルガノポリシロキサンは、重合反応を円滑に進める観点から直鎖状、若しくは主として直鎖状であることが好ましいが、その構成単位として $R^1SiO_{3/2}$ や $SiO_2$ などを有する、一部分岐単位を含有する直鎖状、分岐状、環状の何れであっても良い。

## 【0018】

(a2) 成分は平均組成式 $R^1_d H_e Si O_{(4-d-e)/2}$ で表される。 $d$ は1.0～2.3であるが、好ましくは1.2～2.1であり、 $e$ は0.001～1.0であるが、好ましくは0.005～0.5である。 $d$ が1.0より小さいと架橋度が高くなりすぎるために自重と同重量以上の液状油を含み得ず、2.3より大きいと架橋度が低くなりすぎるため、三次元架橋構造の形成が困難になる。 $e$ が0.001より小さいと架橋度が低くなりすぎるため、三次元架橋構造の形成が困難になり、1.0より大きいと架橋度が高くなりすぎるために自重と同重量以上の液状油を含み得なくなる。このオルガノポリシロキサンは、重合反応を円滑に進める観点から直鎖状、若しくは主として直鎖状であることが好ましいが、その構成単位として $R^1SiO_{3/2}$ や $SiO_2$ などを有する、一部分岐単位を含有する直鎖状、分岐状、環状の何れであっても良い。

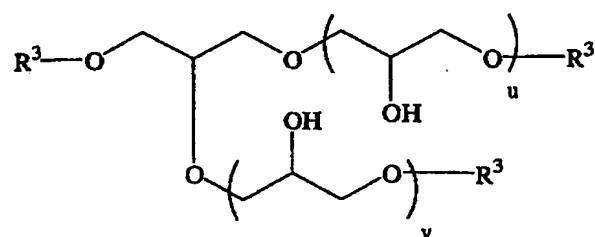
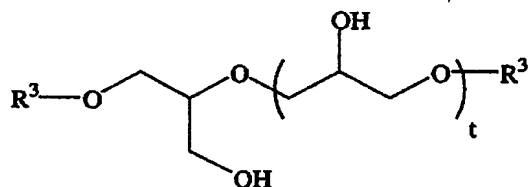
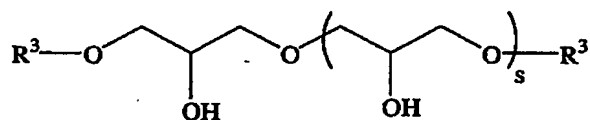
## 【0019】

(b1) 成分は $R^3_f G$ で表されるアルケニル基を有するグリセリン誘導体である。 $R^3$ は、好ましくは一般式 $-C_x H_{2x-1}$ で表されるアルケニル基を有する炭化

水素基であって、 $x$ は2～20の整数である。 $-C_xH_{2x-1}$ 基を例示すると、ビニル基、プロペニル基、ブテニル基、ペンテニル基およびヘキセニル基が挙げられる。これらのうち、ビニル基及びアリル基が好ましい。 $f$ は2～6の整数であるが、好ましくは3あるいは5である。 $G$ はグリセリンあるいはポリグリセリンであって、グリセリン誘導体中のアルケニル基は誘導体末端にあることが好ましい。このような(b1)成分は、グリセリンあるいはポリグリセリンの水酸基とアルケニルアルコールあるいはアルケニルグリシジルエーテルとのアルケニルエーテル化反応により合成される。

## 【0020】

(b1)の例としては以下のグリセリンエーテル類が挙げられる。 $R^3$ 基はグリセリン誘導体の末端に存在することが好ましいが、下記グリセリン鎖内部の水酸基に結合しても良い。但し、 $s$ 、 $t$ 、 $u$ 、 $v$ は、それぞれ1～20の整数である。



## 【0021】

(b2)成分は、平均組成式 $R^1_p R^3_q SiO_{(4-p-q)/2}$ で表される。 $R^3$ は好ましくは一般式 $-C_xH_{2x-1}$ で表されるアルケニル基を有する炭化水素基であって、 $x$ は2～20の整数である。 $-C_xH_{2x-1}$ 基を例示すると、ビニル基、プロペニル基、ブテニル基、ペンテニル基およびヘキセニル基が挙げられる。これらの

中でも、特にビニル基及びアリル基が好ましい。pは1.0～2.3であるが、好ましくは1.2～2.1であり、qは0.001～1.0であるが、好ましくは0.005～0.5である。pが1.0より小さいと架橋度が高くなりすぎるために自重と同重量以上の液状油を含み得なくなり、2.3より大きいと架橋度が低くなりすぎるため、三次元架橋構造の形成が困難になる。qが0.001より小さいと架橋度が低くなりすぎるため、三次元架橋構造の形成が困難になり、1.0より大きいと架橋度が高くなりすぎるために自重と同重量以上の液状油を含み得なくなる。このオルガノポリシロキサンは、重合反応を円滑に進める観点から直鎖状、若しくは主として直鎖状であることが好ましいが、その構成単位として $R^1SiO_{3/2}$ や $SiO_2$ などを有する、一部分岐単位を含有する直鎖状、分岐状、環状の何れであっても良い。

## 【0022】

(b3) 成分は平均組成式 $R^3(CH_2)_rR^3$ で表される。 $R^3$ は、一般式 $-C_xH_{2x-1}$ で表されるアルケニル基を有する炭化水素基であることが好ましい。ここで、xは2～20の整数である。 $-C_xH_{2x-1}$ 基を例示すると、ビニル基、プロペニル基、ブテニル基、ペンテニル基およびヘキセニル基が挙げられるが、特にビニル基及びアリル基が好ましい。rは0～20の整数である。(b3)成分としては、ブタジエン、ペンタジエン、ヘキサジエン、ヘプタジエン、オクタジエン、ノナジエン等のジエンなどが例示されるが、特にヘキサジエンが好ましい。

## 【0023】

本発明のオルガノポリシロキサン重合物は、(a1)または(a1+a2)と(b1)～(b3)のいずれか1種以上の組み合わせ、または(a2)と、(b1)単独、(b1)と(b2)の組み合わせ、若しくは(b3)の群から選択される少なくとも1種の組み合わせからなるが、好ましい組み合わせは以下の通りである。このようにして得られる本発明のオルガノポリシロキサン重合物は、液状油剤と混練することにより、ペースト状組成物を得ることができる。

1. (a1)と、(b2)又は(b3)の組み合わせ
2. (a2)と(b1)の組み合わせ

## 【0024】



本発明のオルガノポリシロキサン重合物を得るには、白金化合物（例えば、塩化白金酸、アルコール変性塩化白金酸、塩化白金酸-ビニルシロキサン錯体等）、又はロジウム化合物の存在下、室温又は加温下（約50～120℃）で反応させればよい。

反応を行なわせる際には、無溶剤で行なっても良いし、必要に応じて有機溶剤を使用しても良い。係る有機溶剤としては、例えば、メタノール、エタノール、2-プロパノール、ブタノール等の脂肪族アルコール；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素；*n*-ペンタン、*n*-ヘキサン、シクロヘキサン等の脂肪族又は脂環式炭化水素；ジクロロメタン、クロロホルム、四塩化炭素等のハロゲン化炭化水素；アセトン、メチルエチルケトン等のケトン系溶剤等が挙げられる。特に化粧品用途として用いる観点からは、無溶剤とするか、エタノール又は2-プロパノールを溶剤として使用することが好ましい。

#### 【0025】

本発明のペースト状組成物を得るためには、まずオルガノポリシロキサン重合物のみを合成した後精製し、次いで液状油剤を混合し混練することによって得ることができる。また、反応に用いた有機溶剤を含有したままの重合物を精製処理し、次いで溶剤及び臭い成分等の揮発成分を除去してから液状油剤を混合し、混練することによっても得ることができる。また、オルガノポリシロキサン重合物を液状油剤と混合した後、精製処理を行うこともできる。

#### 【0026】

前記精製処理は必要に応じて行われる。たとえば酸性物質を添加せずに水のみで行うことも可能である。しかしながら反応を一定に制御するためには有機酸あるいは無機酸及びその塩から選択される酸性物質を添加して行うことが好ましい。またこのとき添加する酸性物質の添加量は、オルガノポリシロキサン重合物100重量部に対して、0.01～10重量部、好ましくは0.02～5重量部である。0.01重量部より少ないと脱臭効果が低く、10重量部より多いと処理後の組成物中に中和塩が析出してくるため好ましくない。またこれらの有機酸はそのまま添加しても良いが、1～50重量％水溶液として添加することが好ましい。しかしながら、液状油剤を含有しない重合物に有機酸水溶液を加えても、処

理液との接触効率が低いため精製度を上げることも、中和反応も困難となる。

【 0 0 2 7 】

精製処理は、架橋重合物 1 0 0 重量部に対して 5 ～ 3 0 重量部の水溶液を添加することが接触効率の点で好ましい。酸性物質の水溶液の p H は 2 ～ 5 となるように行うが、p H があまり低いとシロキサン鎖の切断など、好ましくない反応が起こる可能性があるため、好ましい p H は 3 ～ 5 である。

酸性物質添加後の処理条件は、加熱しなくても良いが、2 0 ～ 1 5 0 ℃、特に 5 0 ～ 1 0 0 ℃ に加熱することが好ましい。

【 0 0 2 8 】

塩基性中和剤はそのまま添加しても良いが、1 ～ 5 0 重量% 水溶液として添加することが好ましい。また、添加量は上記酸性物質と塩基性中和剤との官能基当量が、1 / 0 . 1 ～ 0 . 1 / 1、好ましくは 1 / 0 . 3 ～ 0 . 3 / 1 であり、中和後の p H が 5 ～ 8 となるように調整される。

塩基性中和剤添加後の処理条件は、2 0 ～ 1 5 0 ℃、好ましくは 2 0 ～ 8 0 ℃ である。

【 0 0 2 9 】

酸性物質の具体例としては、クエン酸、乳酸、酒石酸、りんご酸、グルタミン酸、酢酸、グリシン、リン酸二水素カリウム、コハク酸等が挙げられるが、特に、クエン酸、乳酸、及びグルタミン酸が好ましい。

塩基性中和剤の具体例としては、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、リン酸水素二ナトリウム、酢酸ナトリウム等が挙げられるが、特に炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、水酸化ナトリウムが好ましい。

これら酸性物質と塩基性中和剤は、中和されて生成する塩が p H の緩衝剤効果を有するような組み合わせの中から選択することが好ましく、このようにすることにより、臭いの低減化のみならず、組成物の p H 安定化効果を得ることが可能となる。

【 0 0 3 0 】

本発明のオルガノポリシロキサン重合物は、有機溶剤に不溶な三次元架橋構造

を有するものである。ここで言う有機溶剤とは、直鎖状あるいは分岐状のペンタン、ヘキサン、デカン、ドデカン、ヘキサデカン、オクタデカン等の脂肪族系有機溶剤、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族系有機溶剤、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、ヘキサノール、デカノール等のアルコール系有機溶剤、クロロホルム、四塩化炭素等のハロゲン化有機溶剤、アセトン、メチルエチルケトン等のケトン系有機溶剤の他、低粘度のジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、環状ジメチルポリシロキサン等のシリコーン系溶剤をも表す。

#### 【0031】

また、本発明のオルガノポリシロキサン重合物は自重と同重量以上の液状油剤を含んで膨潤することができることを特徴とするが、その確認は以下のようにして行なう。オルガノポリシロキサン重合物と液状油剤を同重量混合し、室温で静置する。静置後のサンプルを100メッシュの網の上に置き、5分間放置しても液状油剤の分離が認められないことを確認する。

#### 【0032】

本発明のペースト状組成物を製造するにあたり、オルガノポリシロキサン重合物と液状油剤の混練は通常の攪拌機で行っても良いが、剪断力下で混練することが好ましい。これはオルガノポリシロキサン重合物が溶剤に溶解しない三次元架橋構造を有しているため、オルガノポリシロキサン重合物と液状油剤に十分な分散性を与えることによって、外観が滑らかなペースト状の組成物が得られるためである。

#### 【0033】

混練処理は、例えば3本ロールミル、2本ロールミル、サイドグライNDER、コロイドミル、ガウリンホモジナイザー、ディスパー等で行なうことができるが、3本ロール又はディスパーによる方法が好ましい。

本発明で用いる液状油剤としては、25℃において流動性を示すものであれば好適に用いることができる。このような液状油剤としては、シリコーン油、炭化水素油、エステル油、天然動植物油、半合成油等を挙げることができる。

#### 【0034】

シリコーン油としてはジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、ジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体等の低粘度から高粘度の直鎖或いは分岐状のオルガノポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、テトラメチルテトラフェニルシクロテトラシロキサン等の環状シロキサン、トリストリメチルシロキシメチルシラン、テトラキストリメチルシロキシシラン等の分岐状シロキサン、高重合度のガム状ジメチルポリシロキサン、ガム状のジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体等のシリコーンゴム、及びシリコーンゴムの環状シロキサン溶液を挙げることができる。

## 【0035】

炭化水素油としては、直鎖状、分岐状、さらに揮発性の炭化水素油等が挙げられ、具体的には、 $\alpha$ -オレフィンオリゴマー、軽質イソパラフィン、軽質流動イソパラフィン、スクワラン、合成スクワラン、植物性スクワラン、スクワレン、流動パラフィン、流動イソパラフィン等が挙げられる。

## 【0036】

エステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸2-ヘキシルデシル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、イソステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、ジ-2-エチルヘキサン酸エチレングリコール、2-エチルヘキサン酸セチル、トリ-2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、テトラ-2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、オクタン酸セチル、オクチルドデシルガムエステル、オレイン酸オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デシル、ジオクタン酸ネオペンチルグリコール、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸トリエチル、コハク酸2-エチルヘキシル、酢酸アミル、酢酸エチル、酢酸ブチル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸ブチル、セバシン酸ジイソプロピル、セバシン酸ジ-2-エチルヘキシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、イソノナン酸イソノニル、イソノナン酸イソトリデシル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシル、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、12-ヒドロキシステアリル

酸コレステリル、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル、ミリスチン酸ミリスチル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ヘキシル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2-オクチルドデシルエステル、リンゴ酸ジイソステアリル等が挙げられる。

## 【0037】

またエステル油の中で、グリセライド油の範疇にあるものとしては、アセトグリセリル、トリイソオクタン酸グリセリル、トリイソステアリン酸グリセリル、トリイソパルミチン酸グリセリル、モノステアリン酸グリセリル、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセリル、トリミリスチン酸グリセリル、ミリスチン酸イソステアリン酸ジグリセリル等が挙げられる。

## 【0038】

高級脂肪酸としては、ウンデシレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸(EPA)、ドコサヘキサエン酸(DHA)、イソステアリン酸、乳酸等が挙げられ、高級アルコールとしては、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルデカノール、オクチルドデカノール、セトステアリルアルコール、2-デシルテトラデシノール、モノオレイルグリセリルエーテル(セラキルアルコール)等が挙げられる。

## 【0039】

また、天然動植物油剤及び半合成油剤としては、アボガド油、アーモンド油、オリーブ油、肝油、牛脚脂、キョウニン油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サザンカ油、サフラワー油、シナモン油、スクワラン、スクワレン、タートル油、大豆油、茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、ナタネ油、日本キリ油、胚芽油、パーシク油、ヒマシ油、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミンク油、メドウホーム油、綿実油、トリヤシ油脂肪酸グリセライド、落花生油、液状ラノリン、酢酸ラノリンアルコール、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、卵黄油等が挙げられる。

## 【0040】

グリセリン誘導体を親水性基とするオルガノポリシロキサン重合体と液状油剤との混合割合は、 $1/20 \sim 20/1$ （重量比）であることが好ましく、特に $1/10 \sim 1/1$ であることが好ましい。

また、本発明は、上記いずれかのペースト状組成物を配合してなる化粧料であり、この化粧料は、（C）成分として、ペースト状組成物に配合された油剤と同じまたは異種の油剤、（D）成分として水、（E）成分として、分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物、（F）成分として、水溶性あるいは水膨潤性高分子、（G）成分として、粉体及び／又は着色剤、（H）成分として、界面活性剤、（I）成分として、親水性のない架橋型オルガノシリコン重合体と液状油からなる組成物、及び（J）成分として、シリコン樹脂から成る群から選択される少なくとも1種を含有してもよい。

#### 【0041】

本発明の化粧料に、その目的に応じて配合する（C）成分としての油剤は、通常の化粧料に使用される、固体、半固体、液状の何れの油剤も使用することができる。例えば、液状油に関してはペースト状組成物に使用された同じ液状油剤、あるいはその他の液状油剤及びその混合物を用いることができ、具体例は前述した通りである。

#### 【0042】

その他の油剤としては、例えば、天然動植物油脂類及び半合成油脂として、アマニ油、イボタロウ、エノ油、カカオ脂、カボックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、キャンデリラロウ、牛脂、牛骨脂、硬化牛脂、鯨ロウ、硬化油、サトウキビロウ、シアバター、シナギリ油、ジョジョバロウ、セラックロウ、豚脂、ヌカロウ、馬脂、パーム油、パーム核油、硬化ヒマシ油、バイベリーロウ、ミツロウ、綿ロウ、モクロウ、モクロウ核油、モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、羊脂、ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコール、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロピル、POEラノリンアルコールエーテル、POEラノリンアルコールアセテート、POE水素添加ラノリンアルコールエーテル等が挙げられる。但し、POEはポリオキシエチレンを意味する。

#### 【0043】

炭化水素油としては、オゾケライト、セレシン、パラフィン、パラフィンワックス、ポリエチレンワックス、ポリエチレン・ポリピロピレンワックス、プリスタン、ポリイソブチレン、マイクロクリスタリンワックス、ワセリン等；高級脂肪酸としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、イソステアリン酸、12-ヒドロキシステアリン酸等が挙げられる。

## 【0044】

高級アルコールとしては、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルドデカノール、オクチルドデカノール、セトステアリルアルコール、2-デシルテトラデシノール、コレステロール、フィトステロール、POEコレステロールエーテル、モノステアリルグリセリンエーテル（パチルアルコール）、モノオレイルグリセリルエーテル（セラキルアルコール）を用いることができる。

## 【0045】

シリコーン油としては、前記シリコーン油以外に、トリメチルシロキシケイ酸、トリメチルシロキシケイ酸の環状シロキサン溶液、ステアロキシシリコーン等の高級アルコキシ変性シリコーン、高級脂肪酸変性シリコーン、アルキル変性シリコーン、アミノ変性シリコーン、フッ素変性シリコーン等が挙げられる。

またフッ素系油剤としては、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカリン、パーフルオロオクタン等が挙げられる。（C）成分の配合量は、化粧品全体の1～95重量%の範囲が好適である。

## 【0046】

本発明の化粧品には、その目的に応じて（D）成分として水を配合するが、その配合量は、化粧品全体の1～95重量%の範囲が好適である。

## 【0047】

本発明の化粧品に、その目的に応じて（E）成分として添加する、分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物としては、エタノール、イソプロパノール等の低級アルコール、ソルビトール、マルトース等の糖アルコール等があり、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール等のステロ

ール、ブチレングリコール、プロピレングリコール、ジブチレングリコール、ペンチルグリコール等の多価アルコール等があるが、通常は水溶性一価のアルコール、水溶性多価アルコールが多く用いられる。配合量は、化粧品全体の0.1～98重量%の範囲が好適である。

#### 【0048】

本発明の化粧品に、その目的に応じて（F）成分として添加する水溶性或いは水膨潤性高分子としては、例えば、アラビアゴム、トラガカント、ガラクトン、ギャロブガム、グアーガム、カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、寒天、クインシード（マルメロ）、デンプン（コメ、トウモロコシ、バレイショ、コムギ）、アルゲコロイド、トラントガム、ローカストビーンガム等の植物系高分子、キサンタンガム、デキストラン、サクシノグルカン、プルラン等の微生物系高分子、コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等の動物系高分子、カルボキシメチルデンプン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等のデンプン系高分子、メチルセルロース、エチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ニトロセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、結晶セルロース、セルロース末のセルロース系高分子、アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル等のアルギン酸系高分子、ポリビニルメチルエーテル、カルボキシビニルポリマー等のビニル系高分子、ポリオキシエチレン系高分子、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体系高分子、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリルアミド、アクリロイルジメチルタウリン塩コポリマー等のアクリル系高分子、ポリエチレンイミン、カチオンポリマーなど他の合成水溶性高分子、ベントナイト、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、モンモリロナイト、バイデライト、ノントロナイト、サポナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等の無機系水溶性高分子などがある。また、これらの水溶性高分子には、ポリビニルアルコールやポリビニルピロリドン等の皮膜形成剤も含まれる。（F）成分の配合量は、化粧品全体の0.1～25重量%の範囲が好適である。

#### 【0049】



本発明の化粧料に、その目的に応じてG)成分として添加する粉体としては、通常の化粧料に使用されるものであれば、その形状(球状、針状、板状等)や粒子径(煙霧状、微粒子、顔料級等)、粒子構造(多孔質、無孔質等)を問わず、いずれのものも使用することができる。例えば無機粉体、有機粉体、界面活性剤金属塩粉体、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料、天然色素等があげられる。

## 【0050】

無機粉体の具体例としては、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、マイカ、カオリン、セリサイト、白雲母、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、ヒドロキシアパタイト、パーミキュライト、ハイジライト、ベントナイト、モンモリロナイト、ヘクトライト、ゼオライト、セラミックスパウダー、第二リン酸カルシウム、アルミナ、水酸化アルミニウム、窒化ホウ素、窒化ボロン、シリカ等が挙げられる。

## 【0051】

有機粉体の具体例としては、ポリアミドパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタン、ベンゾグアナミンパウダー、ポリメチルベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、セルローズ、シルクパウダー、ナイロンパウダー、12ナイロン、6ナイロン、ジメチルポリシロキサンを架橋した構造を持つ架橋型球状ジメチルポリシロキサン微粉末、架橋型球状ポリメチルシルセスキオキサン微粉末、架橋型球状ポリシロキサンゴム表面をポリメチルシルセスキオキサン粒子で被覆してなる微粉末、疎水化シリカ、スチレン・アクリル酸共重合体、ジビニルベンゼン・スチレン共重合体、ビニル樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、フッ素樹脂、ケイ素樹脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリカーボネイト樹脂、微結晶繊維粉体、デンプン末、ラウロイルリジン等が挙げられる。

## 【0052】

界面活性剤金属塩粉体（金属石鹸）の具体例としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、セチルリン酸亜鉛、セチルリン酸カルシウム、セチルリン酸亜鉛ナトリウム等が挙げられる。

## 【0053】

（G）成分として添加する着色剤には顔料や染料がある。有色顔料の具体例としては、酸化鉄、水酸化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、 $\gamma$ -酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色顔料、マンガンバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、チタン酸コバルト等の無機緑色顔料、紺青、群青等の無機青色系顔料、タール系色素をレーキ化したもの、天然色素をレーキ化したもの、及びこれらの粉体を複合化した合成樹脂粉体等が挙げられる。

## 【0054】

パール顔料の具体例としては、酸化チタン被覆雲母、酸化チタン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、酸化チタン被覆着色雲母等；金属粉末顔料としては、アルミニウムパウダー、銅パウダー、ステンレスパウダー等が挙げられる。

## 【0055】

タール色素としては、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色227号、赤色228号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、黄色204号、黄色401号、青色1号、青色2号、青色201号、青色404号、緑色3号、緑色201号、緑色204号、緑色205号、橙色201号、橙色203号、橙色204号、橙色206号、橙色207号等；天然色素としては、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン等から選ばれる粉体が挙げられる。

## 【0056】

これらの粉体及び／又は着色剤のうち、本発明においては、少なくとも一部がジメチルポリシロキサンを架橋した構造を持つ架橋型球状ジメチルポリシロキサン微粉末、架橋型球状ポリメチルシルセスキオキサン微粉末、架橋型球状ポリシロキサンゴム表面をポリメチルシルセスキオキサン粒子で被覆してなる微粉末が好ましく、また、フッ素基を有する粉体及び／又は着色剤である物も多く用いられる。

## 【 0 0 5 7 】

さらに、これらの粉体は、本発明の効果を妨げない範囲で、粉体を複合化したものや、一般油剤、シリコーン油、フッ素化合物、界面活性剤等で処理したもの、反応性を持つオルガノハイドロジェンポリシロキサン、加水分解性アルコキシシラン基を有するオルガノポリシロキサン、加水分解性シリル基を有するアクリル-シリコーン系共重合体等も使用することができ、必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。また、これらの粉体の配合量は、化粧料全体の 0.1 ～ 99 重量% の範囲が好適である。特に、粉末固形化粧料の場合の配合量は、化粧料全体の 80 ～ 99 重量% の範囲が好適である。

## 【 0 0 5 8 】

本発明の化粧料に、その目的に応じて (H) 成分として添加する界面活性剤としては、アニオン性、カチオン性、非イオン性及び両性の活性剤があるが、本発明においては特に制限されるものではなく、通常の化粧料に使用されるものであれば、いずれのものも使用することができる。

以下に具体的に例示すると、アニオン性界面活性剤としては、ステアリン酸ナトリウムやパルミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、アルキルエーテルカルボン酸及びその塩、アミノ酸と脂肪酸の縮合物塩、アルカンスルホン酸塩、アルケンスルホン酸塩、脂肪酸エステルのスルホン酸塩、脂肪酸アミドのスルホン酸塩、ホルマリン縮合系スルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、第二級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキル及びアリルエーテル硫酸エステル塩、脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、脂肪酸アルキロールアミドの硫酸エステル塩、ロート油等の硫酸エステル塩類、アルキルリン酸塩、エーテルリン酸塩、アルキルアリルエーテルリン酸塩、アミドリリン酸塩、N-アシルアミノ酸系活性剤

等；カチオン性界面活性剤としては、アルキルアミン塩、ポリアミン及びアミノアルコール脂肪酸誘導体等のアミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、芳香族四級アンモニウム塩、ピリジウム塩、イミダゾリウム塩等が挙げられる。

## 【 0 0 5 9 】

非イオン性界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンプロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンフィトスタノールエーテル、ポリオキシエチレンフィトステロールエーテル、ポリオキシエチレンコレスタノールエーテル、ポリオキシエチレンコレステリルエーテル、直鎖或いは分岐状ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン、直鎖或いは分岐状ポリオキシアルキレン・アルキル共変性オルガノポリシロキサン、直鎖或いは分岐状ポリグリセリン変性オルガノポリシロキサン、直鎖或いは分岐状ポリグリセリン・アルキル共変性オルガノポリシロキサン、アルカノールアミド、糖エーテル、糖アミド等が挙げられる。

両性界面活性剤としては、ペタイン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘導体、アミドアミン型等が挙げられる。

## 【 0 0 6 0 】

これらの界面活性剤の中でも、分子中にポリグリセリン鎖を有する直鎖或いは分岐状のオルガノポリシロキサン、或いはアルキル共変性オルガノポリシロキサンである界面活性剤、HLBが2～8である界面活性剤が好ましい。また、配合量は、化粧品全体の0.1～20重量%であることが好ましく、特に0.2～10重量%の範囲が好適である。

## 【 0 0 6 1 】

本発明の化粧料に、(I)成分として適宜用いられる、親水性のない架橋型オルガノポリシロキサン重合体と液状油剤からなる組成物における親水性のない架橋型オルガノポリシロキサン重合体は、 $0.65 \text{ mm}^2/\text{秒}$  ( $25^\circ\text{C}$ )  $\sim 100.0 \text{ mm}^2/\text{秒}$  ( $25^\circ\text{C}$ ) の低粘度シリコーンに対し、自重以上の低粘度シリコーンを含んで膨潤する重合体や、流動パラフィン、スクワラン、イソドデカン等の炭化水素油やトリオクタノイン等のグリセライド油、エステル油に対し、自重以上の液状油を含んで膨潤する重合体が挙げられる。この架橋型オルガノポリシロキサンを用いる場合の配合量は、化粧料の総量に対して $0.1 \sim 50$ 重量%であることが好ましく、更に好ましくは $1 \sim 30$ 重量%である。これらの具体例として特許第1925781号に記載されているシリコーン組成物、または、同特許に記載されているシリコーン重合体とシリコーン油以外の油剤からなる組成物が挙げられる。

## 【0062】

本発明の化粧料に、その目的に応じて(J)成分として添加するシリコーン樹脂は、アクリル/シリコーングラフト又はブロック共重合体のアクリルシリコーン樹脂であることが好ましい。また、ピロリドン部分、長鎖アルキル部分、ポリオキシアルキレン部分及びフルオロアルキル部分、カルボン酸などのアニオン部分の中から選択される少なくとも1種を分子中に含有するアクリルシリコーン樹脂を使用することもできる。

## 【0063】

更にこのシリコーン樹脂は、構成成分としてMQ、MDQ、MT、MDT、MDTQと表されるシリコーン網状化合物であることが好ましい。このM、D、T、Qは、それぞれ、 $\text{R}^3\text{SiO}_{0.5}$ 単位、 $\text{R}^2\text{SiO}$ 単位、 $\text{RSiO}_{1.5}$ 単位、 $\text{SiO}_2$ 単位を表すものであり、シリコーン業界では一般に使用されるものである。また、ピロリドン部分、長鎖アルキル部分、ポリオキシアルキレン部分及びフルオロアルキル部分、アミノ部分の中から選択される少なくとも1種を分子中に含有するシリコーン網状化合物を使用することもできる。

## 【0064】

アクリルシリコーン樹脂、シリコーン網状化合物等のシリコーン樹脂は、低粘

度シリコーン油や揮発性シリコーン油、及びその他の溶剤に溶解させたものもあるが、何れも、このシリコーン樹脂を用いる場合の配合量は、化粧料の総量に対して樹脂量が0.1～20重量%であることが好ましく、更に好ましくは1～10重量%である。

#### 【0065】

更に本発明の化粧料には、本発明の効果を妨げない範囲で、通常の化粧料に使用される成分、油溶性ゲル化剤、有機変性粘土鉱物、樹脂、制汗剤、紫外線吸収剤、紫外線吸収散乱剤、保湿剤、防腐剤、抗菌剤、香料、塩類、酸化防止剤、pH調整剤、キレート剤、清涼剤、抗炎症剤、美肌用成分（美白剤、細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、血行促進剤、皮膚収斂剤、抗脂漏剤等）、ビタミン類、アミノ酸類、核酸、ホルモン、包接化合物、毛髪用固形化剤等を添加することができる。

#### 【0066】

油溶性ゲル化剤としては、アルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジンクミリスレート等の金属セッケン、N-ラウロイル-L-グルタミン酸、 $\alpha$ ,  $\gamma$ -ジ- $n$ -ブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン2-エチルヘキサン酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル等のショ糖脂肪酸エステル、フラクトオリゴ糖ステアリン酸エステル、フラクトオリゴ糖2-エチルヘキサン酸エステル等のフラクトオリゴ糖脂肪酸エステル、モノベンジリデンソルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデン誘導体、ジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー等の有機変性粘土鉱物等から選ばれるゲル化剤が挙げられる。

#### 【0067】

制汗剤としては、アルミニウムクロロハイドレート、塩化アルミニウム、アルミニウムセスキクロロハイドレート、ジルコニルヒドロキシクロライド、アルミニウムジルコニウムヒドロキシクロライド、アルミニウムジルコニウムグリシン錯体等から選ばれる制汗剤が挙げられる。

## 【0068】

紫外線吸収剤としては、パラアミノ安息香酸等の安息香酸系紫外線吸収剤、アントラニル酸メチル等のアントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸メチル等のサリチル酸系紫外線吸収剤、パラメトキシケイ皮酸オクチル等のケイ皮酸系紫外線吸収剤、2,4-ジヒドロキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ウロカニン酸エチル等のウロカニン酸系紫外線吸収剤、4-tert-ブチル-4'-メトキシ-ジベンゾイルメタン等のジベンゾイルメタン系紫外線吸収剤等が挙げられ、紫外線吸収散乱剤としては、微粒子酸化チタン、微粒子鉄含有酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化セリウム及びそれらの複合体等、紫外線を吸収散乱する粉体が挙げられる。

## 【0069】

保湿剤としては、グリセリン、ソルビトール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、ペンチルグリコール、グルコース、キシリトール、マルチトール、ポリエチレングリコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩、ポリオキシエチレンメチルグルコシド、ポリオキシプロピレンメチルグルコシド等がある。

## 【0070】

防菌防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等、抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカルバニリド、感光素、フェノキシエタノール等がある。

## 【0071】

塩類としては無機塩、有機酸塩、アミン塩及びアミノ酸塩が挙げられる。無機塩としては、たとえば、塩酸、硫酸、炭酸、硝酸等の無機酸のナトリウム塩、カリウム塩、マグネシウム塩、カルシウム塩、アルミニウム塩、ジルコニウム塩、亜鉛塩等；有機酸塩としては、例えば酢酸、デヒドロ酢酸、クエン酸、りんご酸、コハク酸、アスコルビン酸、ステアリン酸等の有機酸類の塩；アミン塩及びア

ミノ酸塩としては、例えば、トリエタノールアミン等のアミン類の塩、グルタミン酸等のアミノ酸類の塩等がある。また、その他、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸等の塩、アルミニウムジルコニウムグリシン錯体等や、更には、化粧品処方の中で使用される酸-アルカリの中和塩等も使用することができる。

## 【0072】

酸化防止剤としては、トコフェロール、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン、フィチン酸等、pH調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、d1-リンゴ酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム等、キレート剤としては、アラニン、エデト酸ナトリウム塩、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、リン酸等、清涼剤としては、L-メントール、カンフル等、抗炎症剤としては、アラントイン、グリチルリチン酸及びその塩、グリチルレチン酸及びグリチルレチン酸ステアリル、トラネキサム酸、アズレン等が挙げられる。

## 【0073】

美肌用成分としては、胎盤抽出液、アルブチン、グルタチオン、ユキノシタ抽出物等の美白剤、ロイヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体、幼牛血液抽出液等の細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸β-ブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、カフェイン、タンニン酸、α-ボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールヘキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ベラパミル、セファランチン、γ-オリザノール等の血行促進剤、酸化亜鉛、タンニン酸等の皮膚収斂剤、イオウ、チアントロール等の抗脂漏剤等が挙げられる。

## 【0074】

ビタミン類としては、ビタミンA油、レチノール、酢酸レチノール、パルミチン酸レチノール等のビタミンA類、リボフラビン、酪酸リボフラビン、フラビンアデニンヌクレオチド等のビタミンB2類、ピリドキシン塩酸塩、ピリドキシンジオクタノエート、ピリドキシントリパルミテート等のビタミンB6類、ビタミンB12及びその誘導体、ビタミンB15及びその誘導体等のビタミンB類、L



ーアスコルビン酸、Lーアスコルビン酸ジパルミチン酸エステル、Lーアスコルビン酸-2-硫酸ナトリウム、Lーアスコルビン酸リン酸ジエステルジカリウム等のビタミンC類、エルゴカルシフェロール、コレカルシフェロール等のビタミンD類、 $\alpha$ -トコフェロール、 $\beta$ -トコフェロール、 $\gamma$ -トコフェロール、酢酸dl- $\alpha$ -トコフェロール、ニコチン酸dl- $\alpha$ -トコフェロール、コハク酸dl- $\alpha$ -トコフェロール等のビタミンE類、ビタミンH、ビタミンP、ニコチン酸、ニコチン酸ベンジル、ニコチン酸アミド等のニコチン酸類、パントテン酸カルシウム、D-パントテニルアルコール、パントテニルエチルエーテル、アセチルパントテニルエチルエーテル等のパントテン酸類、ビオチン等がある。

## 【0075】

アミノ酸類としては、グリシン、バリン、ロイシン、イソロイシン、セリン、トレオニン、フェニルアラニン、アルギニン、リジン、アスパラギン酸、グルタミン酸、シスチン、システイン、メチオニン、トリプトファン等、核酸としては、デオキシリボ核酸等、ホルモンとしては、エストラジオール、エテニルエストラジオール等が挙げられる。

## 【0076】

毛髪固定用高分子化合物としては、両性、アニオン性、カチオン性、非イオン性の各高分子化合物が挙げられ、ポリビニルピロリドン、ビニルピロリドン/酢酸ビニル共重合体等の、ポリビニルピロリドン系高分子化合物、メチルビニルエーテル/無水マレイン酸アルキルハーフエステル共重合体等の酸性ビニルエーテル系高分子化合物、酢酸ビニル/クロトン酸共重合体等の酸性ポリ酢酸ビニル系高分子、(メタ)アクリル酸/アルキル(メタ)アクリレート共重合体、(メタ)アクリル酸/アルキル(メタ)アクリレート/アルキルアクリルアミド共重合体等の酸性アクリル系高分子化合物、N-メタクリロイルエチル-N,N-ジメチルアンモニウム $\cdot$  $\alpha$ -N-メチルカルボキシペタイン/アルキル(メタ)アクリレート共重合体、ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート/ブチルアミノエチルメタクリレート/アクリル酸オクチルアミド共重合体等の両性アクリル系高分子化合物が挙げられる。また、セルロースまたはその誘導体、ケラチンおよびコラーゲンまたはその誘導体等の天然由来高分子化合物も好適に用いることがで

きる。

#### 【0077】

また、本発明における化粧料としては、上記化粧料成分を配合してなる、乳液、クリーム、クレンジング、パック、オイルリキッド、マッサージ料、美容液、洗淨剤、脱臭剤、ハンドクリーム、リップクリーム等のスキンケア化粧料、メイクアップ下地、白粉、リキッドファンデーション、油性ファンデーション、頬紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナー、アイブロウ、口紅等のメイクアップ化粧料、シャンプー、リンス、トリートメント、セット剤等の毛髪化粧料、制汗剤、日焼け止め乳液や日焼け止めクリームなどの紫外線防御化粧料等が挙げられる。

またこれらの化粧料の形状としては、液状、乳液状、クリーム状、固形状、ペースト状、ゲル状、粉末状、プレス状、多層状、ムース状、スプレー状、スティック状等、種々の形態を選択することができる。

#### 【0078】

##### 【発明の効果】

本発明のグリセリン誘導体を有する親水性オルガノポリシロキサン重合物及び該重合物と液状油剤からなるペースト状組成物は、ポリオキシアルキレン鎖を有する架橋型オルガノポリシロキサン重合物と比較して各種油剤に対する溶解性、乳化性が良く、安定に水を含むことができる。また、本発明の精製処理を施したグリセリン誘導体を有する親水性オルガノポリシロキサン重合物及び該重合物と液状油剤からなるペースト状組成物は、ポリオキシアルキレン鎖を有する架橋型オルガノポリシロキサン重合物と比較して、長期保存、あるいは加熱放置された条件においてもpHが低下し難く、また、乳化系に配合された場合でも経時変化による異臭発生が大きく抑制される。このペースト状組成物を化粧料に配合した場合、その化粧料は経時安定性に優れ、シリコーン特有のさっぱり感と後肌のしっとりとした感触に優れており、特にグリセリン誘導体を親水性官能基として使用しているので、保湿性が改善された化粧料を得ることができる。

#### 【0079】

##### 【実施例】

以下に、本発明を実施例によって更に説明するが、本発明は、これらによって何ら限定されるものではない。なお、下記一般式において $\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2}$ 基をM、 $\text{Me}_2\text{SiO}$ 基をDと表記し、 $\text{MeSiO}_{3/2}$ をTと表記した。M、DおよびT中のメチル基をいずれかの置換基によって変性した単位を $\text{M}^{\text{R}}$ 、 $\text{D}^{\text{R}}$ および $\text{T}^{\text{R}}$ と表記する。又、特に断らない限り、以下に記載する「%」は「重量%」を意味する。

## 【0080】

ポリグリセリンモノアリルエーテル（G1と略記する）は、グリセリンモノアリルエーテル1モルとグリシドール2モルとをアルカリ触媒存在下で縮合させることによって調製した。得られたG1は、粘度が $3,000\text{mm}^2/\text{s}$ の液状物であり、水酸化物価は $790\text{KOHmg/g}$ 、不飽和度は $3.27\text{meq/g}$ であった。

## 【0081】

ポリグリセリンジアリルエーテル（G2と略記する）は、グリセリン1モルとアリルグリシジルエーテル2モルとをアルカリ触媒存在下で縮合させることによって調製した。得られたG2は、粘度が $330\text{mm}^2/\text{s}$ の液状物であり、水酸化物価は $509\text{KOHmg/g}$ 、不飽和度は $6.20\text{meq/g}$ であった。

## 【0082】

## 実施例1.

反応器中に、平均組成式 $\text{M}_2\text{D}_{40}\text{D}^{\text{H}}_2$ で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン $200.0\text{g}$ 、ポリグリセリンジアリルエーテル（G2） $23.0\text{g}$ 、 $25^\circ\text{C}$ における粘度が $6\text{mm}^2/\text{s}$ であるジメチルポリシロキサン $148.7\text{g}$ 、イソプロピルアルコール $74.3\text{g}$ 及び塩化白金酸3重量%のエタノール溶液 $0.1\text{g}$ を仕込み、内温を $70\sim 80^\circ\text{C}$ に維持して2時間攪拌する事によりオルガノポリシロキサン重合物を得た。

## 【0083】

さらに、1%クエン酸水溶液 $43.5\text{g}$ を加え混合しながら内温を $70\sim 80^\circ\text{C}$ に維持し、3時間加熱処理を行った。内温が $50^\circ\text{C}$ 以下になるまで冷却し、5%炭酸水素ナトリウム水溶液 $7.0\text{g}$ を添加し、内温を $40\sim 50^\circ\text{C}$ に維持して

1 時間攪拌した。攪拌終了後、酸化防止剤として d- $\delta$ -トコフェロール 0. 1 g を添加し、減圧下で内温を 1 0 0 °C に加熱し、揮発成分を除去することによって酸処理したオルガノポリシロキサン重合物を得た。

次いで、このオルガノポリシロキサン重合物を三本ロールミルにより混練したのち、2 5 °C における粘度が  $6 \text{ mm}^2/\text{s}$  であるジメチルポリシロキサンを加えて 2 倍に希釈し、架橋物 3 0 % を含有するペースト状組成物を得た。このペースト状物は混和稠度が 3 8 0 で屈折率が 1. 4 0 2 であった。

#### 【0084】

##### 実施例 2.

反応器中に、平均組成式  $\text{M}_2\text{D}_{40}\text{D}^{\text{C}12}_{10}\text{D}^{\text{H}}_3$  で表されるラウリル基を導入したオルガノハイドロジェンポリシロキサン 2 0 0. 0 g、ポリグリセリンジアリルエーテル (G 2) 1 8. 3 g、流動パラフィン 2 4. 3 g、イソプロピルアルコール 4 8. 5 g 及び塩化白金酸 3 重量% のエタノール溶液 0. 1 g を仕込み、内温を 7 0 ~ 8 0 °C に維持して 2 時間攪拌する事により、オルガノポリシロキサン重合物を得た。

#### 【0085】

さらに、1 % クエン酸水溶液 4 3. 7 g および流動パラフィン 1 2 1. 2 g を加え、混合しながら内温を 7 0 ~ 8 0 °C に維持し、3 時間加熱処理を行った。内温が 5 0 °C 以下になるまで冷却し、5 % 炭酸水素ナトリウム水溶液 7. 0 g を添加し、内温を 4 0 ~ 5 0 °C に維持して 1 時間攪拌した。攪拌終了後、酸化防止剤として d- $\delta$ -トコフェロール 0. 1 1 g を添加し、減圧下で内温を 1 0 0 °C に加熱し、揮発成分を除去することによって酸処理したオルガノポリシロキサン重合物を得た。

次いで、このオルガノポリシロキサン重合物を三本ロールミルにより混練したのち、流動パラフィンを加えて 2 倍に希釈し、架橋物 3 0 % を含有するペースト状組成物を得た。このペースト状物は混和稠度が 3 9 0 で屈折率が 1. 4 5 0 であった。

#### 【0086】

##### 実施例 3.

反応器中に、平均組成式  $M_2D_{40}D^{Cl2}_{10}D^H_3$  で表されるラウリル基を導入したオルガノハイドロジェンポリシロキサン 200.0 g、ポリグリセリンジアリルエーテル (G2) 18.3 g、トリオクタン酸グリセリル 327.5 g、イソプロピルアルコール 109 g 及び塩化白金酸 3 重量%のエタノール溶液 0.1 g を仕込み、内温を 70~80℃ に維持して 2 時間攪拌する事により、オルガノポリシロキサン重合物を得た。

## 【 0 0 8 7 】

さらに、1%クエン酸水溶液 43.7 g を加え、混合しながら内温を 70~80℃ に維持し、3 時間加熱処理を行った。内温が 50℃ 以下になるまで冷却し、5%炭酸水素ナトリウム水溶液 7.0 g を添加し、内温を 40~50℃ に維持して 1 時間攪拌した。終了後、酸化防止剤として d-δ-トコフェロール 0.11 g を添加し、減圧下で内温を 100℃ に加熱し、揮発成分を除去することによって酸処理したオルガノポリシロキサン重合物を得た。

次いで、このオルガノポリシロキサン重合物を三本ロールミルにより混練したのち、トリオクタン酸グリセリルを加えて 3 倍に希釈し、架橋物 20% を含有するペースト状組成物を得た。このペースト状物は混和稠度が 400 で屈折率が 1.442 であった。

## 【 0 0 8 8 】

## 実施例 4.

反応器中に、平均組成式  $M_2D_{24}D^H_4$  で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン 200.0 g、ポリグリセリンモノアリルエーテル (G1) 56.2 g、イソプロピルアルコール 77 g 及び塩化白金酸 3 重量%のエタノール溶液 0.05 g を仕込み、内温を 70~80℃ に維持して 2 時間攪拌する事により、ポリグリセリン変性シリコーン  $M_2D_{24}D^{Gly}_2D^H_2$  (G1y はポリグリセリンモノアリルエーテル残基) を得た。

次に、得られたポリグリセリン変性シリコーン  $M_2D_{24}D^{Gly}_2D^H_2$  200 g と共に、両末端にビニル基を有するシリコーン  $M^{Vi}_2D_{10}$  65.3 g、25℃ における粘度が  $6 \text{ mm}^2/\text{s}$  であるジメチルポリシロキサン 177 g、イソプロピルアルコール 133 g 及び塩化白金酸 3 重量%のエタノール溶液 0.1 g を仕込み

、内温を70～80℃に維持して2時間攪拌する事により、オルガノポリシロキサン重合物を得た。

【0089】

さらに、1%クエン酸水溶液53.0gを加え混合しながら内温を70～80℃に維持し、3時間加熱処理を行った。内温が50℃以下になるまで冷却し、5%炭酸水素ナトリウム水溶液8.5gを添加し、内温を40～50℃に維持して1時間攪拌した。攪拌終了後、酸化防止剤としてd-δ-トコフェロール0.13gを添加し、減圧下で内温を100℃に加熱し、揮発成分を除去することによって酸処理したオルガノポリシロキサン重合物を得た。

次いで、このオルガノポリシロキサン重合物を三本ロールミルにより混練したのち、25℃における粘度が $6\text{ mm}^2/\text{s}$ であるジメチルポリシロキサンを加えて2倍に希釈し、架橋物30%を含有するペースト状組成物を得た。このペースト状物は混和稠度が395で屈折率が1.403であった。

【0090】

実施例5.

水素ガス発生量 $14.3\text{ ml/g}$ 、GPCによるポリスチレン換算重量平均分子量が4,700、 $^{29}\text{Si-NMR}$ によるM/T/(D+DH)比は1/0.5/11.5のオルガノハイドロジェンポリシロキサン200.0g、ポリグリセリンモノアリルエーテル(G1)19.5g、イソプロピルアルコール66g及び塩化白金酸3重量%のエタノール溶液0.05gを仕込み、内温を70～80℃に維持して2時間攪拌する事により、T単位を含有する枝分かれポリグリセリン変性シリコーンを得た。

次に得られたポリグリセリン変性シリコーン200gと共に、1,5-ヘキサジエン2.5g、25℃における粘度が $6\text{ mm}^2/\text{s}$ であるジメチルポリシロキサン135g、イソプロピルアルコール100g及び塩化白金酸3重量%のエタノール溶液0.1gを仕込み、内温を70～80℃に維持して2時間攪拌する事により、オルガノポリシロキサン重合物を得た。

【0091】

さらに、1%クエン酸水溶液40.0gを加え混合しながら内温を70～80

℃に維持し、3時間加熱処理を行った。内温が50℃以下になるまで冷却し、5%炭酸水素ナトリウム水溶液6.4gを添加し、内温を40～50℃に維持して1時間攪拌した。攪拌終了後、酸化防止剤としてd-δ-トコフェロール0.10gを添加し、減圧下で内温を100℃に加熱し、揮発成分を除去することによって酸処理したオルガノポリシロキサン重合物を得た。

次いで、このオルガノポリシロキサン重合物を三本ロールミルにより混練したのち、25℃における粘度が $6\text{ mm}^2/\text{s}$ であるジメチルポリシロキサンを加えて2倍に希釈し、架橋物30%を含有するペースト状組成物を得た。このペースト状物は混和稠度が410で屈折率が1.403であった。

## 【0092】

## 実施例6.

## W/O型乳液

(成分)	重量 (%)
1. 実施例1のペースト状組成物	10.0
2. ジメチルポリシロキサン ( $6\text{ mm}^2/\text{秒}$ (25℃))	12.0
3. デカメチルシクロペンタシロキサン	10.0
4. トリオクタン酸グリセリル	5.0
5. 1,3-ブチレングリコール	5.0
6. 防腐剤	適量
7. 香料	適量
8. 精製水	58.0

## (製造方法)

A: 成分1～5を均一に混合した。

B: 成分6～8を混合した後、Aに加えて乳化した。

以上のようにして得られた乳液は、べたつきがなく、のび広がりも軽く、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりが見られるW/O型乳液であることが確認された。

## 【0093】

## 実施例7.

W/O型クリーム

(成分)	重量 (%)
1. 実施例2のペースト状組成物	6.0
2. 流動パラフィン	13.5
3. マカデミアナッツ油	4.0
4. アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注1)	1.5
5. クエン酸ナトリウム	0.2
6. プロピレングリコール	8.0
7. グリセリン	3.0
8. 防腐剤	適量
9. 香料	適量
10. 精製水	60.8

(注1) 信越化学工業(株)製: KF-6026 (商品名)

(製造方法)

A: 成分1~4を混合した。

B: 成分5~10を混合溶解し、Aに加えて攪拌乳化した。

以上のようにして得られたクリームは、油っぽさ、べたつきがなく、のび広がりも軽くさっぱりとした、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりが見られるW/O型クリームであることが確認された。

【0094】

実施例8.

W/O型クリーム

(成分)	重量 (%)
1. 実施例3のペースト状組成物	7.0
2. 流動パラフィン	13.5
3. マカデミアナッツ油	5.0
4. アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注1)	0.5
5. ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注2)	3.0
6. クエン酸ナトリウム	0.2



7. プロピレングリコール	8. 0
8. グリセリン	3. 0
9. 防腐剤	適 量
10. 香料	適 量
11. 精製水	59. 8

(注1) 信越化学工業(株) 製: KF-6026 (商品名)

(注2) 信越化学工業(株) 製: KSP-100 (商品名)

(製造方法)

A: 成分1~5を混合した。

B: 成分6~11を混合溶解し、Aに加えて攪拌乳化した。

以上のようにして得られたクリームは、油っぽさ、べたつきがなく、のび広がりも軽くさっぱりとした、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、マットな仕上がりが見られるW/O型クリームであることが確認された。

【0095】

実施例9.

#### O/W型クリーム

(成分)	重量 (%)
1. 実施例3のペースト状組成物	8. 0
2. 架橋型メチルフェニルポリシロキサン(注1)	2. 0
3. イソノナン酸イソトリデシル	5. 0
4. ジプロピレングリコール	7. 0
5. グリセリン	5. 0
6. メチルセルロース(2%水溶液)(注2)	7. 0
7. ポリアクリルアミド系乳化剤(注3)	2. 0
8. グアニン	1. 0
9. 防腐剤	適 量
10. 香料	適 量
11. 精製水	63. 0

(注1) 信越化学工業(株) 製: KSG-18

(注2) 信越化学工業(株) 製: メトロース SM-4000

(注3) SEPIC製: セピゲル305

(製造方法)

A: 成分4~11を混合した。

B: 成分1~3を混合溶解し、Aを加えて攪拌乳化した。

以上のようにして得られたクリームは、キメが細かく、のび広がり軽く、べたつきや油っぽさがない上しっとりとしてみずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に化粧持ちも非常に良く、温度変化や経時による変化がなく安定性に優れているO/W型クリームであることが確認された。

【0096】

実施例10.

W/O型クリーム

(成分)	重量 (%)
1. 実施例1のペースト状組成物	7.0
2. ジメチルポリシロキサン ( $6\text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	10.0
3. ポリエーテル変性シリコーン (注1)	0.5
4. ジプロピレングリコール	10.0
5. クエン酸ナトリウム	0.2
6. エタノール	5.0
7. 防腐剤	適量
8. 香料	適量
9. 精製水	67.8

(注1) 信越化学工業(株) 製: KF-6017 (商品名)

(製造方法)

A: 成分1~3を加熱溶解した。

B: 成分4~10を混合溶解し、Aに加えて攪拌乳化した。

以上のようにして得られたクリームは、油っぽさ、べたつきがなく、のび広がりも軽く、みずみずしいさっぱりとした使用性を持ち、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、マット感のある仕上がりが見られるW/O型クリームであるこ

とが確認された。

【0097】

実施例 11.

W/O型メイクアップ下地

(成分)	重量 (%)
1. 実施例 4 のペースト状組成物	5. 0
2. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注 1)	1. 0
3. ポリエーテル変性シリコーン (注 2)	0. 5
4. ジメチルポリシロキサン ( $6\text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	6. 0
5. ジメチルポリシロキサン ( $20\text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	2. 0
6. デカメチルシクロペンタシロキサン	3. 0
7. 酸化チタン/シクロペンタシロキサン分散物 (注 3)	10. 0
8. ジプロピレングリコール	5. 0
9. クエン酸ナトリウム	0. 2
10. メチルセルロース (2%水溶液) (注 4)	2. 5
11. エタノール	3. 0
12. 防腐剤	適 量
13. 香料	適 量
14. 精製水	62. 8

(注 1) 信越化学工業 (株) 製: KSG-15 (商品名)

(注 2) 信越化学工業 (株) 製: KF-6017 (商品名)

(注 3) 信越化学工業 (株) 製: SPD-T1S (商品名)

(注 4) 信越化学工業 (株) 製: メトロース 65-SH4000 (商品名)

(製造方法)

A: 成分 1~7 を加熱混合した。

B: 成分 8~15 を混合溶解し、A に加えて攪拌乳化した。

以上のようにして得られたメイクアップ下地は、油っぽさ、べたつきがなく、のび広がりも軽く、みずみずしいさっぱりとした使用性を持ち、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、マット感のある仕上がりが得られ、さらに紫外線カッ

ト効果のある化粧持ちの良い優れたW/O型メイクアップ下地であることが確認された。

## 【0098】

## 実施例12.

O/Wクリーム

(成分)	重量 (%)
1. 実施例1のペースト状組成物	2. 0
2. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注1)	15. 0
3. デカメチルシクロペンタシロキサン	10. 0
4. ジメチルポリシロキサン ( $6\text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	18. 0
5. ポリエーテル変性シリコーン (注2)	0. 7
6. プロピレングリコール	3. 0
7. ポリアクリルアミド系混合物 (注3)	0. 8
8. キサンタンガム (2%水溶液)	8. 0
9. 防腐剤	適 量
10. 香料	適 量
11. 精製水	42. 5

(注1) 信越化学工業 (株) 製: KSG-16 (商品名)

(注2) 信越化学工業 (株) 製: KF-6011 (商品名)

(注3) SEPIC製: セピゲル305 (商品名)

## (製造方法)

A: 成分1~4を加熱混合した。

B: 成分5~11を混合溶解した。

C: AをBに加えて攪拌乳化した。

以上のようにして得られたクリームは、キメが細かく、のび広がりが軽くてべたつきや油っぽさがない上しっとりとしてみずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に化粧持ちも非常に良く、温度変化や経時による変化がなく安定性に優れているO/W型クリームであることが確認された。

## 【0099】

## 実施例 13.

口紅

(成分)	重量 (%)
1. ポリエチレンワックス	12.0
2. マイクロクリスタリンワックス	4.0
3. ポリブテン	5.0
4. アクリレート/ジメチルシリコーン共重合体 (注1)	12.0
5. 実施例 3 のペースト状組成物	7.0
6. オクタン酸セチル	20.0
7. ショ糖脂肪酸エステル	3.0
8. トリイソステアリン酸グリセリル	37.0
9. 顔料	適量
10. 防腐剤	適量
11. 香料	適量

(注1) 信越化学工業 (株) 製: KP-561

## (製造方法)

A: 成分 1~7 及び 8 の一部を加熱混合、溶解した。

B: 成分 9 及び 8 の残部を均一混合し、Aに加えて均一にした。

以上のようにして得られた口紅は、のびが軽くて油っぽさや粉っぽさがない上、さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性や撥水性が良好で持ちも良く、安定性にも優れているものであった。

【0100】

## 実施例 14.

パウダーファンデーション

(成分)	重量 (%)
1. ワセリン	2.5
2. スクアラン	3.0
3. 実施例 2 のペースト状組成物	0.5
4. トリオクタン酸グリセリル	2.0

5. シリコーン処理マイカ	40.0
6. シリコーン処理タルク	残 量
7. シリコーン処理酸化チタン	10.0
8. シリコーン処理微粒子酸化チタン	5.0
9. シリコーン処理硫酸バリウム	10.0
10. 顔料	適 量
11. フッ素変性ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注1)	2.0
12. シリコーン粉体 (注2)	2.5
13. 防腐剤	適 量
14. 香料	適 量

(注1) 信越化学工業 (株) 製: KSP-200 (商品名)

(注2) 信越化学工業 (株) 製: KMP-590 (商品名)

(製造方法)

A: 成分4~13を混合、均一にした。

B: 成分1~3を均一に混合し、Aに加えて均一にした。

C: Bに成分14を添加し、金型にプレス成型してパウダーファンデーションを得た。

以上のようにして得られたパウダーファンデーションは、べたつきがなく、のび広がりも軽く、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりが見られるパウダーファンデーションであることが確認された。

【0101】

実施例15.

#### クリームファンデーション

(成分)	重量 (%)
1. 実施例3のペースト状組成物	5.5
2. トリオクタン酸グリセリル	4.0
3. ジメチルポリシロキサン ( $6\text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	5.0
4. デカメチルシクロペンタシロキサン	6.0
5. フッ素変性ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注1)	2.5

6. 顔料	8. 0
7. アクリルシリコーン樹脂 (注 2)	5. 0
8. ジプロピレングリコール	5. 0
9. クエン酸ナトリウム	0. 2
10. 防腐剤	適 量
11. 香料	適 量
12. 精製水	59. 3

(注 1) 信越化学工業 (株) 製: K S P - 2 0 0 (商品名)

(注 2) 信越化学工業 (株) 製: K P - 5 4 5 (商品名)

(製造方法)

A: 成分 1 ~ 5 を加熱混合した。

B: 成分 8 ~ 12 を混合溶解し、A に加えて攪拌乳化した。

C: 成分 6 ~ 7 を混合し、B に加えて均一にした。

以上のようにして得られたクリームファンデーションは、べたつきがなく、のび広がりも軽く、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、マット感のある仕上がりが見られるクリームファンデーションであることが確認された。

【 0 1 0 2 】

実施例 16.

#### W/O 型コンパクトファンデーション

(成分)	重量 (%)
1. セレシン	5. 5
2. マイクロクリスタリンワックス	1. 0
3. 流動パラフィン	3. 0
4. 実施例 3 のペースト状組成物	9. 0
5. ジカプリン酸ポリプロピレングリコール	3. 0
6. アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注 1)	1. 0
7. ジメチルポリシロキサン ( $6 \text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	15. 5
8. オイル処理酸化チタン	10. 0
9. 顔料	適 量

10. レシチン	0.3
11. モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン	0.5
12. ジプロピレングリコール	8.0
13. クエン酸ナトリウム	0.2
14. 精製水	残 量

(注1) 信越化学工業(株) 製: KF-6026 (商品名)

(製造方法)

A: 成分1~7を加熱混合した。

B: 成分8~12を混合均一にした。

C: 成分13~14を混合し、Bを加えて均一にし、加温した。

D: CをAに加えて乳化した。

以上のようにして得られたコンパクトファンデーションは、油剤が多いにもかかわらず油っぽさ、べたつきがなく、のび広がりも軽く、さっぱりとした使用性を持ち、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く化粧もちに優れたW/O型コンパクトファンデーションであることが確認された。

【0103】

実施例17.

アイシャドウ

(成分)	重量 (%)
1. セリサイト	40.0
2. マイカ	10.0
3. タルク	残 量
4. 酸化チタン	10.0
5. 微粒子酸化チタン	5.0
6. ステアリン酸マグネシウム	3.0
7. 顔料	適 量
8. オクチルドデカノール	3.0
9. ジメチルポリシロキサン ( $6\text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	4.0
10. 実施例1のペースト状組成物	6.0



11. 防腐剤

適 量

12. 香料

適 量

(製造方法)

A: 成分8~11を加熱混合した。

B: 成分1~7を混合した後、Aを加えて均一に混合した。

C: 成分AをBに添加した。

以上のようにして得られたアイシャドウは、べたつきがなく、のび広がりも軽く、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりが得られる化粧持ちの良いアイシャドウであることが確認された。

【0104】

実施例18.

パウダーアイブロウ

(成分)	重量 (%)
1. ワセリン	2. 5
2. ジメチルポリシロキサン ( $6\text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	1. 5
3. 実施例5のペースト状組成物	0. 5
4. トリオクタン酸グリセリル	4. 0
5. シリコーン処理マイカ	40. 0
6. シリコーン処理タルク	残 量
7. シリコーン処理酸化チタン	10. 0
8. シリコーン処理硫酸バリウム	15. 0
9. シリコーン処理顔料	適 量
10. ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注1)	1. 5
11. 球状ポリメチルシルセスキオキサン粉体 (注2)	2. 5
12. 防腐剤	適 量
13. 香料	適 量

(注1) 信越化学工業 (株) 製: KSP-100 (商品名)

(注2) 信越化学工業 (株) 製: KMP-590 (商品名)

(製造方法)

A：成分5～12を混合、均一にした。

B：成分1～4を均一に混合し、Aに加えて均一にした。

C：Bに成分13を添加し、金型にプレス成型してパウダーアイブロウを得た。

以上のようにして得られたアイブロウは、べたつきがなく、のび広がりも軽く、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりが得られる化粧持ちの良いパウダーアイブロウであることが確認された。

# 【0105】

実施例19.

## ヘアクリーム

(成分)	重量 (%)
1. 実施例1のペースト状組成物	2. 0
2. ジメチルポリシロキサン ( $6\text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	5. 0
3. デカメチルシクロペンタシロキサン	8. 0
4. 塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	1. 5
5. グリセリン	3. 0
6. プロピレングリコール	5. 0
7. ヒドロキシエチルセルロース	0. 2
8. 防腐剤	適 量
9. 香料	適 量
10. 精製水	75. 3

## (製造方法)

A：成分1～3を加熱溶解した。

B：成分4～8及び10を均一に混合溶解した。

C：BをAに加えて乳化後、冷却して成分9を加えた。

以上のようにして得られたヘアクリームは、塗布時の伸び、使用後の髪の柔軟性、なめらかさ、まとまり具合、しっとり感、ツヤにおいて、きわめて優れた効果を示すもので、総合的に非常に優れたヘアクリームであることが確認された。

# 【0106】

実施例20.

コンディショニンググムース

(成分)	重量 (%)
1. 実施例 1 のペースト状組成物	0. 5
2. ジメチルポリシロキサン ( $6 \text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	2. 0
3. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注 1)	0. 5
4. トリオクタン酸グリセリル	1. 5
5. グリセリン	3. 0
6. 塩化ステアリルジメチルベンジルアンモニウム	0. 5
7. ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	0. 5
8. エタノール	7. 0
9. 防腐剤	適 量
10. 香料	適 量
11. 精製水	残 量
12. 液化石油ガス	5. 0

(注 1) 信越化学工業 (株) 製: KSG-16 (商品名)

## (製造方法)

A: 成分 1~4 を加熱溶解した。

B: 成分 5~9 及び 11 を均一に混合溶解した。

C: B を A に加えて乳化後、冷却して成分 10 を加えた。

D: C をエアゾール缶に充填し、コンディショニンググムースを得た。

以上のようにして得られたコンディショニンググムースは、しっとり感、柔軟性、なめらかさに優れ、油性感のない良好な感触のもので、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、マット感のある仕上がりが見られるコンディショニンググムースであることが確認された。

【0107】

## 実施例 21.

ロールオンタイプ制汗剤

(成分)	重量 (%)
1. 実施例 1 のペースト状組成物	25. 0

2. ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> /秒 (25℃))	10.0
3. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注1)	15.0
4. デカメチルシクロペンタシロキサン	30.0
5. アルミニウムジルコニウムテトラクロロハイドレート	20.0
6. 香料	適量

(注1) 信越化学工業(株)製: KSG-15 (商品名)

(製造方法)

A: 成分1~4を加熱混合した。

B: Aに成分5、6を加え、均一に分散した。

以上のようにして得られたロールオンタイプの制汗剤は、のびが軽く、清涼感があってさっぱりとして、べたつきや油感がなく、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているものであった。

【0108】

実施例22.

#### W/O型タイプ制汗剤

(成分)	重量 (%)
1. 実施例4のペースト状組成物	9.0
2. デカメチルシクロペンタシロキサン	7.0
3. トリオクタン酸グリセリル	8.0
4. 1, 3-ブチレングリコール	5.0
5. クエン酸ナトリウム	0.2
6. アルミニウムクロロハイドレート	20.0
7. 香料	適量
8. 精製水	50.8

(製造方法)

A: 成分1~3を加熱混合した。

B: 成分4~5及び8を混合し、成分6、7を加え溶解した。

C: AにBを加え攪拌して乳化した。

以上のようにして得られた制汗剤は、のびが軽く、清涼感があってさっぱりと

して、べたつきや油感がなく、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているW/O型タイプの制汗剤であった。

【0109】

実施例23.

W/O型UVカットクリーム

(成分)	重量 (%)
1. シリコーン処理酸化亜鉛	20.0
2. アクリレート/ジメチルシリコーン共重合体 (注1)	12.0
3. デカメチルシクロペンタシロキサン	20.0
4. トリオクタン酸グリセリル	3.0
5. 実施例2のペースト状組成物	7.0
6. ポリエーテル変性シリコーン (注2)	1.0
7. アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注3)	1.0
8. メトキシ桂皮酸オクチル	6.0
9. クエン酸ナトリウム	0.2
10. ジプロピレングリコール	3.0
11. 防腐剤	適量
12. 香料	適量
13. 精製水	26.8

(注1) 信越化学工業(株)製: KP-545 (商品名)

(注2) 信越化学工業(株)製: KF-6017 (商品名)

(注3) 信越化学工業(株)製: KF-6026 (商品名)

(製造方法)

A: 成分3の一部、及び4～8を加熱混合した。

B: 成分9～11、13を混合し、Aに加えて攪拌乳化した。

C: 成分1、2及び3の残部を混合分散し、Bに成分12を加えて均一にした。

以上のようにして得られたUVカットクリームは、のびが軽くさっぱりとして、べたつきや油感がなく、透明感があり化粧持ちが良く、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているW/O型UVカットクリームであっ

た。

【0110】

実施例 24.

W/O型UVカット乳液

(成分)	重量 (%)
1. ジメチルポリシロキサン ( $6\text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	5.0
2. トリオクタン酸グリセリル	2.0
3. 実施例 1 のペースト状組成物	6.0
4. ポリエーテル変性シリコーン (注 1)	1.0
5. 酸化チタン/デカメチルシクロペンタシロキサン分散物 (注 2)	30.0
6. 酸化亜鉛/デカメチルシクロペンタシロキサン分散物 (注 3)	30.0
7. ジプロピレングリコール	3.0
8. クエン酸ナトリウム	0.2
9. 防腐剤	適 量
10. 香料	適 量
11. 精製水	22.8

(注 1) 信越化学工業 (株) 製: KF-6017 (商品名)

(注 2) 信越化学工業 (株) 製: SPD-T1S (商品名)

(注 3) 信越化学工業 (株) 製: SPD-Z1 (商品名)

(製造方法)

A: 成分 1~4 を加熱混合した。

B: 成分 7~9、11 を混合溶解し、A に加えて攪拌乳化した。

C: 成分 5、6、10 を B に加えて均一にした。

以上のようにして得られた UV カット乳液は、のびが軽くさっぱりとして、べたつきや油感がなく、透明感があり化粧持ちが良く、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れている W/O 型 UV カット乳液であった。

【0111】

実施例 25.

O/W型UVカットクリーム

(成分)	重量 (%)
1. 架橋型オルガノポリシロキサン (注1)	5.0
2. イソオクタン酸セチル	5.0
3. 実施例4のペースト状組成物	1.0
4. 酸化チタン/デカメチルシクロペンタシロキサン分散物 (注2)	15.0
5. ポリエーテル変性シリコーン (注3)	1.0
6. ポリエーテル変性シリコーン (注4)	1.0
7. アクリル酸アミド系混合物 (注5)	2.0
8. プロピレングリコール	5.0
9. メチルセルロース (2%水溶液) (注6)	5.0
10. 防腐剤	適量
11. 香料	適量
12. 精製水	60.0

(注1) 信越化学工業(株)製: KSG-18 (商品名)

(注2) 信越化学工業(株)製: SPD-T1S (商品名)

(注3) 信越化学工業(株)製: KF-6027 (商品名)

(注4) 信越化学工業(株)製: KF-6011 (商品名)

(注5) セピック製: セピジェル 305 (商品名)

(注6) 信越化学工業(株)製: メトロース SM-4000 (商品名)

(製造方法)

A: 成分5~8及び10、12を混合した。

B: 成分1~3を加熱混合し、Aに加えて攪拌乳化した。

C: 成分4をBに加え、さらに成分9、10を加えて均一にした。

以上のようにして得られたUVカットクリームは、のびが軽くさっぱりとして、べたつきや油感がなく、透明感があり化粧持ちが良く、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているO/W型UVカットクリームであった。

【0112】

実施例26.

非水エマルション

(成分)	重量 (%)
1. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注1)	30.0
2. デカメチルシクロペンタシロキサン	15.0
3. ジメチルポリシロキサン ( $6\text{ mm}^2/\text{s}$ )	7.0
4. 実施例1のペースト状組成物	3.0
5. ジメチルジステアリルアンモニウムヘクトライト	2.0
6. 塩化ナトリウム	0.1
7. 1,3-ブチレングリコール	40.9

(注1) 信越化学工業(株)製: KSG-15 (商品名)

## (製造方法)

A: 成分1~5を均一に混合した。

B: 成分6、7を混合した。

C: B)をA)に加え均一に乳化した。

以上のようにして得られた非水エマルションは、のび広がりが軽くてべたつきや油っぽさがなく、後肌のしっとりした、安定性の良い非水エマルションであることが確認された。

【0113】

## 実施例27.

W/O/W型クリーム

(成分)	重量 (%)
1. イソオクタン酸セチル	5.0
2. 実施例1のペースト状組成物	6.0
3. デカメチルシクロペンタシロキサン	5.0
4. ジオレイン酸メチルグルコース	1.5
5. イソヘキサデカン	3.5
6. 硫酸マグネシウム	0.5
7. プロピレングリコール	5.0
8. 精製水	39.5



9. セチルアルコール	1. 0
10. PEG-10ソーヤセテロール	2. 0
11. 防腐剤	適 量
12. 香料	適 量
13. 精製水	31. 0

## (製造方法)

A：成分6～8を混合した。

B：成分1～5を混合し、Aに加えて攪拌乳化した。

C：成分9～11及び13を混合し、Bを攪拌下、添加して乳化した。

D：Cに成分12を加えて均一にした。

以上のようにして得られたクリームは、のびが軽くさっぱりとして、べたつきや油感がなく、透明感があり化粧持ちが良く、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているW/O/W型クリームであった。

## 【0114】

## 実施例28.

O/W/O型乳液

## (成分)

## 重量 (%)

1. トリイソオクタン酸グリセリル	15. 0
2. 実施例3のペースト状組成物	8. 0
3. ショ糖モノステアレート	3. 0
4. グリセリン	5. 0
5. 1, 3-ブチレングリコール	5. 0
6. 防腐剤	適 量
7. 精製水	60. 0
8. マカデミアンナッツ油	2. 0
9. セチルアルコール	2. 0
10. 香料	適 量

(注1) 信越化学工業(株)製：KSG-21(商品名)

## (製造方法)

A：成分1～2を均一に混合した。

B：成分3～7を加熱混合し、均一にした。

C：成分8～10を加熱混合した。

D：Bを攪拌しながらCを加えて乳化し、冷却した。

D：Aを攪拌しながらDを加えて乳化した。

以上のようにして得られた乳液は、のびが軽くさっぱりとして、べたつきや油感がなく、透明感があり化粧持ちが良く、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているO/W/O型乳液であった。

【0115】

実施例29.

O/W/O型リキッドファンデーション

(成分)

重量 (%)

1. 実施例2のペースト状組成物	7.0
2. デカン酸プロピレングリコール	5.0
3. ミリスチン酸イソプロピル	5.0
4. 顔料	10.0
5. 卵黄由来水素添加リン脂質	1.0
6. グリセリン	2.0
7. 1,3-ブチレングリコール	10.0
8. 防腐剤	適量
9. 精製水	52.0
10. スクワラン	3.0
11. セチルアルコール	5.0
12. 香料	適量

(製造方法)

A：成分1～3を均一に混合した。

B：成分4～9を加熱混合し、均一にした。

C：成分10～12を加熱混合した。

D：Bを攪拌しながらCを加えて乳化し、冷却した。

D : A を攪拌しながら D を加えて乳化した。

以上のようにして得られたリキッドファンデーションは、のびが軽くさっぱりとして、べたつきや油感がなく、透明感があり化粧持ちが良く、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れている O / W / O 型リキッドファンデーションであった。

【 0 1 1 6 】

前記実施例の結果は、本発明のグリセリン誘導体を有する親水性オルガノポリシロキサン重合体及び該重合体と液状油剤からなるペースト状組成物が、各種油剤に対する溶解性、乳化性が良く、安定に水を含むことができることを実証するものである。

また、本発明の精製処理を施したグリセリン誘導体を有する親水性オルガノポリシロキサン重合体及び該重合体と液状油剤からなるペースト状組成物は、長期保存、あるいは加熱放置された条件においても pH が低下し難く、また、乳化系に配合された場合でも経時変化による異臭発生が大きく抑制されることが確認された。

更に、本発明のオルガノポリシロキサン重合体と液状油剤からなるペースト状組成物を配合した化粧料は、塗布時のべたつきや重さがなくさらさらして、のび広がりも軽く、後肌もさらとしたなめらかな感触、さらにしっとりとした後残りに優れている。これらの結果から本発明に従ってグリセリン誘導体を親水性官能基として使用することにより、軽い延びとさっぱりした使用感を有し、塗布する事により、適度な水分の蒸散を損なうことなく、柔軟性、平滑性、エモリエント効果を付与し、自然なつやからマット感まで幅広い特性を与える等、使用性に優れ、良好な経時安定性を有する化粧料を得ることが確認された。

【書類名】

要約書

【要約】

【課題】 乳化機能を有する親水性ポリシロキサン重合体、ペースト状組成物及び異臭を発生せず、使用感や長期保存性に優れた化粧料を提供すること。

【解決手段】 グリセリン誘導体を有するオルガノポリシロキサン重合体であって、有機溶剤に不溶で、かつ自重と同重量以上の液状油を含んで膨潤することのできることを特徴とするオルガノポリシロキサン重合体、該重合体に液状油剤を含ませてなるペースト状組成物、及び、これらの重合体やペースト状組成物を含有させた化粧料。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-266357
受付番号	50201365310
書類名	特許願
担当官	第二担当上席 0091
作成日	平成14年 9月13日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 9月12日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002060]

1. 変更年月日 1990年 8月22日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 東京都千代田区大手町二丁目6番1号  
氏 名 信越化学工業株式会社